

METHOD FOR MANUFACTURING Al-Si ALLOY MATERIAL WITH FINE STRUCTURE

Publication number: JP2003089858 (A)

Publication date: 2003-03-28

Inventor(s): OISHI AKIRA; MIYAJI MASAKAZU +

Applicant(s): MITSUBISHI HEAVY IND LTD +

Classification:

- international: **B21B1/22; B21B3/00; C22C21/02; C22F1/00; C22F1/043;** (IPC1-7): B21B1/22; B21B3/00; C22C21/02; C22F1/00; C22F1/043

- European:

Application number: JP20010282304 20010917

Priority number(s): JP20010282304 20010917

Abstract of JP 2003089858 (A)

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide, at a low cost, an Al-Si alloy material which has fine structure and in which superplasticity is produced by refining the structure of an alloy containing relatively large amounts of Si. **SOLUTION:** An Al-Si, Al-Si-Cu, Al-Si-Cu-Mg or Al-Si-Cu-Mg-Ni alloy having a composition containing, as a modification element, at least one selected from the group consisting of Na, Sr and Ca is subjected to heavy deformation treatment where a large strain is applied to the alloy in an as-cast state.

Data supplied from the *espacenet* database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-89858

(P2003-89858A)

(43) 公開日 平成15年3月28日 (2003.3.28)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
C 2 2 F 1/043		C 2 2 F 1/043	4 E 0 0 2
// B 2 1 B 1/22		B 2 1 B 1/22	F
3/00		3/00	J
C 2 2 C 21/02		C 2 2 C 21/02	
C 2 2 F 1/00	6 0 4	C 2 2 F 1/00	6 0 4
審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 4 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-282304(P2001-282304)

(22) 出願日 平成13年9月17日 (2001.9.17)

(71) 出願人 000006208

三菱重工業株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番1号

(72) 発明者 大石 朗

神奈川県横浜市金沢区幸浦一丁目8番地1

三菱重工業株式会社基盤技術研究所内

(72) 発明者 宮地 正和

神奈川県横浜市金沢区幸浦一丁目8番地1

三菱重工業株式会社基盤技術研究所内

(74) 代理人 100058479

弁理士 鈴江 武彦 (外5名)

Fターム(参考) 4E002 AA08 BB11 CB01

(54) 【発明の名称】 微細組織を有するAl-Si系合金材料の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 Siを比較的多量に含有する合金の組織を微細化して超塑性が発現された微細組織を有するAl-Si系合金材料を安価に製造し得る方法を提供する。

【解決手段】 Na, SrおよびCaの群から選ばれる少なくとも1つを改質元素として含有するAl-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系の合金に鋳込み状態のままで大きな歪を付与する強加工処理を施すことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Na, SrおよびCaの群から選ばれる少なくとも1つを改質元素として含有するAl-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系の合金に鑄込み状態のままで大きな歪を付与する強加工処理を施すことを特徴とする微細組織を有するAl-Si系合金材料の製造方法。

【請求項2】 Naの含有量が0.001~0.02重量%、Srの含有量が0.003~0.05重量%、Caの含有量が0.005~0.02重量%であることを特徴とする請求項1記載の微細組織を有するAl-Si系合金材料の製造方法。

【請求項3】 強加工処理前の保持温度を350℃以下とすることを特徴とする請求項1または2記載の微細組織を有するAl-Si系合金材料の製造方法。

【請求項4】 鑄込み時の冷却速度が0.5℃/sec以上であることを特徴とする請求項1ないし3いずれか記載の微細組織を有するAl-Si系合金材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、微細組織を有するAl-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系の合金材料の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、汎用金属をベースに材料プロセスによって組織を微細化することにより、強度のみならず十分な靱性が得られることが明らかにされつつある。また、μmレベル以下の結晶粒から構成される組織微細化された材料では粒界すべりの効果が大きくなり、いわゆる超塑性現象が発現しやすいことも知られている。

【0003】 このような微細組織を有する金属素材は、従来、次のような方法により製造していた。まず、合金溶湯からガスアトマイズ等の急冷凝固法によって微細な粉末を調製する。つづいて、この微細粉末を缶に封入して内部ガスを真空吸引した後にHIP（熱間静水圧プレス）等を施すことによって固化することにより微細組織を有する金属素材を製造する。

【0004】 前記粉末を出発素材として超塑性微細組織材料を製造する事例は、例えばAl合金系、とりわけ実用合金の中ではA5083等のAl-Mg系合金、A2024等のAl-Cu-Mg系合金、A7075等のAl-Cu-Zn-Mg系、A4032等のAl-Si-Cu-Mg系合金において報告されている。

【0005】 しかしながら、前述した従来の超塑性微細組織材料の製造方法は粉末を利用して固化するプロセスが必要で、工程が煩雑になるばかりか、設備が大掛かりになり、さらに高コストになるため、粉末利用自体が実

用化のネックになっている。

【0006】 このような背景から、最近では比較的粗大な結晶粒から構成されている鑄造材を出発素材としてバルク体のまま微細組織化する技術の開発研究が産学官にて精力的に進められている。代表的な手法としては制御破砕成形（BMA；Bulk Mechanical Alloying）法、繰返し折り重ね圧延（ARB；Accumulative Roll Bonding）法、等断面剪断プレス（ECAP；Equal Channel Angular Pressing）法、および異周速圧延法等が考案されており、いずれも材料に強い加工を施すことによって新たな結晶粒界を生じめている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、Al-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系のようなSiを比較的多量に含有する合金の組織を微細化することにより超塑性を発現させた微細組織を有するAl-Si系合金材料を安価に製造し得る方法を提供しようとするものである。

20 【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明に係る微細組織を有するAl-Si系合金材料の製造方法は、Na, SrおよびCaの群から選ばれる少なくとも1つを改質元素として含有するAl-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系の合金に鑄込み状態のままで大きな歪を付与する強加工処理を施すことを特徴とするものである。

【0009】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を詳細に説明する。

30 【0010】 まず、Al-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系の合金を溶融し、この溶湯状態でNa, SrおよびCaの群から選ばれる少なくとも1つを改質元素として添加した後、鑄造して鑄造材を得る。つづいて、得られた鑄造材を鑄込み状態のまま、つまり熱処理することなく、強加工処理を施すことによって、微細組織を有するAl-Si系合金材料を製造する。

【0011】 前記改質元素であるNa, Sr, Caは、Al-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系の合金中にNaの場合は0.001~0.02重量%、Srの場合は0.003~0.05重量%、Caの場合は0.005~0.02重量%、含有させることが好ましい。これらの改質元素は、単独でも混合した形態でも用いることができる。前記改質元素の含有量が前記下限値未満すると、Si共晶を微細粒状にすることが困難になる。一方、前記改質元素の含有量が前記上限値を超えると、改質元素の効果が少なくなるばかりか、機械的性質を劣化させる要因になるおそれがある。

50 【0012】 前記鑄造時の冷却は、0.5℃/sec以

上の速度で行なうことが好ましい。このような条件での冷却を行なうことにより前記Na、SrおよびCaから選ばれる少なくとも1つを改質元素として添加することによる共晶Siサイズの微細化を有効に作用させることが可能になる。

【0013】前記『熱処理』とは、T4処理（溶体化処理のみ）、T6処理（溶体化処理+人工時効処理）、T7処理（溶体化処理+安定化処理）等の溶体化処理を含むものを意味する。この溶体化処理は、一般に480～550℃の範囲で行なわれることが多い。ただし、比較的低温であっても保持時間が長時間に及ぶ場合、溶体化処理と同様の効果が生じる。このため、前記強加工処理前の保持温度は、350℃以下にすることが好ましい。

【0014】前記強加工処理としては、例えば制御破砕成形（BMA）法、繰返し折り重ね圧延（ARB）法、等断面剪断プレス（ECAP）法、および異周速圧延法等を採用することができる。

【0015】以上説明したように、Al-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系の合金を鋳造することにより得られる鋳造材の共晶Siはマトリックス相に対して化学的に安定に共存する相であり、マトリックス相中に微細に分散させることにより粒界ピン止めとして作用する。一方、前記鋳造材に含有させる改良元素であるNa、SrおよびCaは前記共晶Siを微細粒状にする効果を有する。共晶Siは、二次元的には微細粒状であるものの、三次元的には粒同士が接触状態にあるため、溶体化処理のような比較的高温で熱処理を行なうと粗大化し易くなる。

【0016】本発明によれば、前記鋳造材を粗大化の要因になる溶体化処理を施さずに強加工処理（例えば等断面剪断プレス（ECAP）法）を施すことによって、粒同士の連結を断ち切ることができるため、微細化して超塑性を発現する微細組織を有するAl-Si系合金材料を安価に製造することができる。

【0017】なお、改良元素としてSbを検討したが、これは性状が層状、あるいは板状であり、しかもNa、

SrおよびCaと比較して共晶Siの微細化が不十分であった。

【0018】

【実施例】以下、好ましい実施例を詳細に説明する。

【0019】（実施例1）主要組成がAl-7.0%Si-0.37%Mg（AC4C合金相当）、およびAl-11.6%Si（AC3A合金相当）の合金をそれぞれ溶融し、これら溶湯に改質元素であるNa、SrおよびCaの群から選ばれる少なくとも1つの元素を添加した後、鋳造し、0.5℃/sec以上の冷却速度で冷却することにより下記表1に示す12種の合金組成の鋳造材を得た。これら鋳造材のうちの6種について溶体化処理した後、等断面剪断プレス（ECAP）法により強加工処理を5回繰り返す、残りの6種の鋳造材について溶体化処理せずに直接等断面剪断プレス（ECAP）法により強加工処理を5回繰り返すことにより12種のAl-Si合金材料（合金素材）を製造した。

【0020】なお、溶体化処理は520℃で8時間行なった。また、溶体化処理を施さない場合には鋳造後ECAPまでは室温に保持し、ECAP時の材料温度を300℃、繰返し回数は一律5回としたとした。

【0021】得られた各Al-Si合金素材について、共晶Si粒の平均粒径を測定した。この共晶Si粒の平均粒径は、ECAP後の合金素材のマトリックス相のみを酸溶解し、その溶解残渣濾過物であるSiをレーザ回折式粒度分布測定装置にかけて定量的に測定することにより求めた。

【0022】また、得られた各Al-Si合金素材について超塑性特性を把握するために360～550℃の温度範囲、 $10^{-4} \sim 10^0 / \text{sec}$ の種々の歪速度範囲にて高温引張試験を行ない、変形応力の歪速度感受性指数mを求めた。なお、m値は式 $\sigma \propto (\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)^m$ より導かれる $m = \partial \log \sigma / \partial \log (\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)$ により求めた。

【0023】これらの結果を下記表1に併記する。

【0024】

【表1】

	合金組成(重量%)									ECAP 前 の溶体化	ECAP 後の 共晶Si 平均径 (μm)	最大 m値
	Si	Mg	Ti	Fe	Na	Sr	Ca	Sb	Al			
比較例1	7.0	0.37	0.12	0.10	—	—	—	—	残部	あり	6.7	0.15
比較例2	7.1	0.38	0.11	0.12	—	—	—	—	残部	なし	8.0	0.12
比較例3	6.9	0.37	0.12	0.11	0.006	—	—	—	残部	あり	5.7	0.18
実施例1	7.0	0.36	0.12	0.10	0.006	—	—	—	残部	なし	1.3	0.32
比較例4	7.1	0.38	0.11	0.02	—	0.015	—	—	残部	あり	5.5	0.20
実施例2	7.0	0.37	0.12	0.11	—	0.013	—	—	残部	なし	1.8	0.31
実施例3	7.1	0.36	0.10	0.09	—	—	0.013	—	残部	なし	2.1	0.30
比較例5	7.0	0.36	0.12	0.11	—	—	—	0.12	残部	なし	4.4	0.18
実施例4	7.1	0.37	0.11	0.12	0.005	0.006	—	—	残部	なし	1.6	0.31
比較例6	11.6	—	0.10	0.13	0.007	—	—	—	残部	あり	5.9	0.19
実施例5	11.4	—	0.13	0.12	0.006	—	—	—	残部	なし	1.8	0.33
実施例6	11.5	—	0.12	0.13	0.004	0.009	—	—	残部	なし	1.5	0.31

【0025】前記表1から明らかなようにNa, SrおよびCaの群から選ばれる少なくとも1つを改質元素として含有するAl-Si系合金の鋳造材に溶体化処理を施すことなく鋳込み状態のままでECAP法のような強加工処理を施すことにより得られた実施例1～6の合金素材では共晶Siサイズが概ね2 μm 弱と強加工前に溶体化処理を施すことにより得られた比較例1～6の合金素材に比べて小さく、かつm値が0.3を超えていることがわかる。一般に、m値は超塑性の重要なパラメータで、 $m \geq 0.3$ で超塑性を発現する。このような本発明の合金素材が超塑性を発現する効果は、微細粒状の共晶Siを三次元的に分散させることに起因するものと考えられる。

【0026】なお、実施例では主たる元素がAlおよび*

* Siの合金を用いた例について説明したが、改質処理が効く合金系、すなわちAC1A、AC2A等のAl-Si-Cu系合金、AC1B、AC4B等のAl-Si-Cu-Mg系合金、AC8A等のAl-Si-Cu-Mg-Ni系合金を用いても同様な効果を発現することができる。

【0027】

【発明の効果】以上詳述したように本発明によれば、Al-Si系、Al-Si-Cu系、Al-Si-Cu-Mg系またはAl-Si-Cu-Mg-Ni系のようなSiを比較的多量に含有する合金の組織を微細化することにより、強度および靱性に優れ、かつ超塑性が発現された微細組織を有するAl-Si系合金材料を安価に製造し得る方法を提供できる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

C22F 1/00

識別記号

611

612

630

681

685

691

692

694

FI

C22F 1/00

テマコード(参考)

611

612

630A

630B

630K

681

685

685A

691B

692A

694A